ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59464— 2021/ IEC TS 62607-4-7: 2018

Производство нанотехнологическое

КОНТРОЛЬ ОСНОВНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК

Часть 4-7

Наноматериалы анодные для устройств накопления электрической энергии. Определение содержания металломагнитных примесей методом оптико-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

(IEC TS 62607-4-7:2018, Nanomanufacturing — Key control characteristics — Part 4-7: Nano-enabled electrical energy storage — Determination of magnetic impurities in anode nanomaterials, ICP-OES method, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Национальной ассоциацией производителей источников тока «РУСБАТ» (Ассоциация «РУСБАТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии документа, указанного в пункте 4, и Федеральным государственным унитарным предприятием «Российский научно-технический центр информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия» (ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 044 «Аккумуляторы и батареи»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 апреля 2021 г. № 300-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному документу IEC TS 62607-4-7:2018 «Производство нанотехнологическое. Контроль основных характеристик. Часть 4-7. Накопители электрической энергии на наноматериалах. Определение магнитных примесей анодных наноматериалов методом ИСП-ОЭС» (IEC TS 62607-4-7:2018 «Nanomanufacturing — Key control characteristics — Part 4-7: Nano-enabled electrical energy storage — Determination of magnetic impurities in anode nanomaterials, ICP-OES method», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного документа для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© IEC, 2018 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2021

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Реактивы 2
5.1 Кислота азотная 2
5.2 Кислота соляная 2
5.3 Смесь кислот 2
5.4 Спирт этиловый 2
5.5 Газ аргон 2
5.6 Стандартные растворы 2
6 Оборудование 3
6.1 Измерительное оборудование 3
6.2 Лабораторная посуда 3
6.3 Емкость для проб 3
6.4 Испытательный магнит 3
6.5 Электронные весы 3
6.6 Устройство для вращения емкости с пробой 3
6.7 Оборудование ультразвуковой очистки 3
6.8 Нагревательное устройство 3
7 Подготовка серии стандартных растворов 3
8 Проведение испытания 4
8.1 Очистка испытательного магнита 4
8.2 Подготовка проб 4
8.3 Процесс извлечения металломагнитных примесей 4
8.4 Процесс извлечения немагнитных компонентов 4
8.5 Получение испытуемого раствора 4
8.6 Подготовка холостого раствора 5
8.7 Выполнение измерений 5
9 Обработка результатов 5
10 Протокол испытания 6
Приложение А (справочное) Устройство для вращения емкости с пробой 7
Приложение В (справочное) Способ извлечения испытательного магнита из емкости с пробой 8
Приложение С (справочное) Пример проведения испытания 9
Приложение D (справочное) Валидация процесса извлечения металломагнитных примесей 12
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам 13
Библиография 14

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Производство нанотехнологическое

КОНТРОЛЬ ОСНОВНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК

Часть 4-7

Наноматериалы анодные для устройств накопления электрической энергии. Определение содержания металломагнитных примесей методом оптико-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Nanomanufacturing. Key control characteristics. Part 4-7. Anode nanomaterials for electric energy storage devices. Determination of the content of metal-magnetic impurities by the method of inductively coupled plasma optical emission spectrometry

Дата введения — 2022—03—01

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Лица, применяющие метод, установленный в настоящем стандарте, должны быть знакомы с обычной лабораторной практикой. Настоящий стандарт не устанавливает требования безопасности, связанные с его применением. Пользователь стандарта несет ответственность за соблюдение соответствующих правил техники безопасности и охраны здоровья, а также за соблюдение требований, установленных в национальных нормативных документах.

ВАЖНО — К проведению испытаний в соответствии с настоящим стандартом допускается персонал, прошедший соответствующее обучение.

1 Область применения

Настоящий стандарт является частью серии стандартов МЭК 62607, распространяется на анодные наноматериалы, применяемые для изготовления устройств накопления электрической энергии, и устанавливает метод оптико-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-ОЭС) для определения содержания металломагнитных примесей.

Настоящий стандарт применяют для определения общего содержания металломагнитных примесей (железо, кобальт, хром и никель) не менее 0,02 мг/кг.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

ISO 3696:1987, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для аналитического лабораторного использования. Спецификация и методы испытаний)

ISO 6353-1:1982, Reagents for chemical analysis — Part 1: General test methods (Реагенты для химического анализа. Часть 1. Общие методы испытаний)

ISO 18842:2015, Aluminium oxide primarily used for the production of aluminium — Method for the determination of tapped and untapped density (Оксид алюминия, преимущественно используемый для производства алюминия. Метод определения плотности с резьбой и без него)

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте не приведены термины и определения.

ИСО и МЭК ведут терминологические базы данных для использования в стандартизации по следующим адресам:

- Электропедия МЭК: доступна на gost.e-ecolog.ru ;
- Платформа онлайн-просмотра ИСО: доступна на gost.e-ecolog.ru .

4 Сущность метода

Сущность метода заключается в извлечении металломагнитных частиц, содержащихся в анодном наноматериале, магнитом, растворении их в растворе кислоты и определении содержания железа, кобальта, хрома и никеля методом ИСП-ОЭС.

5 Реактивы

5.1 Кислота азотная

Для испытания применяют азотную кислоту, раствор концентрации c (HNO_3) = 15 моль/л, $\rho \approx 1{,}40$ г/мл, марки ос.ч.

5.2 Кислота соляная

Для испытания применяют соляную кислоту, раствор концентрации c (HCl) = 12 моль/л, $\rho \approx 1{,}18$ г/мл, марки ос.ч.

5.3 Смесь кислот

Испытание проводят с использованием смеси азотной и соляной кислот (далее — смесь кислот). Кислоту готовят путем смешивания одного объема азотной кислоты с тремя объемами соляной кислоты.

5.4 Спирт этиловый

Для испытания применяют этиловый спирт (C_2H_5OH) с объемной долей w основного вещества не менее 99,7 % марки ос.ч.

5.5 Газ аргон

Для испытания применяют аргон с объемной долей не менее 99,99 %.

5.6 Стандартные растворы

5.6.1 Стандартный раствор железа

Стандартный раствор железа концентрацией 0,001 г/мл готовят в соответствии с ИСО 6353-1:1982.

5.6.2 Стандартный раствор кобальта

Стандартный раствор кобальта концентрацией 0,001 г/мл готовят в соответствии с ИСО 6353-1:1982.

5.6.3 Стандартный раствор хрома

Стандартный раствор хрома концентрацией 0,001 г/мл готовят в соответствии с ИСО 6353-1:1982.

5.6.4 Стандартный раствор никеля

Стандартный раствор никеля концентрацией 0,001 г/мл готовят в соответствии с ИСО 6353-1:1982.

Для приготовления стандартных растворов применяют реактивы марки ос.ч. в соответствии с инструкциями изготовителя и воду 3-го класса по ИСО 3696:1987.

6 Оборудование

6.1 Измерительное оборудование

Для испытания применяют оборудование, измеряющее излучение, испускаемое конкретным химическим элементом на определенной длине волны. Для определения содержания металломагнитных примесей в анодном наноматериале длины волн выбирают в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1 — Рекомендуемые длины волн при испытании по определению содержания металломагнитных примесей в анодном наноматериале

Химический элемент	Длины волн. нм
Железо	238,204
Кобальт	228,616
Хром	267,716
Никель	231,604

6.2 Лабораторная посуда

Для испытания применяют прозрачную коническую колбу объемом 250 мл (далее — колба) и мерную колбу объемом более 100 мл.

6.3 Емкость для проб

Для испытания применяют емкость для проб (далее — емкость), изготовленную из пластмассы, объемом 500 мл с внутренней и внешней крышками, обеспечивающими ее надежную герметизацию. Размеры горловины емкости должны соответствовать размерам горловин конических колб.

6.4 Испытательный магнит

Для испытания применяют магнит с индукцией магнитного поля 0,6 Тл (допустимое отклонение в пределах 5 %). Диаметр испытательного магнита — 15—20 мм, длина 45—55 мм. Испытательный магнит должен быть полностью покрыт защитным слоем из политетрафторэтиленовых материалов, устойчивых к воздействию сильных кислот и щелочей.

Примечание — Значение индукции магнитного поля (0,6 Тл) соответствует максимальной напряженности магнитного поля магнита, измеряемой магнитометром на его поверхности.

6.5 Электронные весы

Для измерений применяют весы точностью 0,001 г.

6.6 Устройство для вращения емкости с пробой

Для испытания применяют устройство, оборудованное двумя валами, которые удерживают, фиксируют и вращают емкость с пробой. Схематическое изображение устройства для вращения емкости с пробой приведено в приложении А. Диапазон скоростей вращения валов — 60—100 об/мин.

6.7 Оборудование ультразвуковой очистки

Для испытания применяют лабораторное устройство ультразвуковой очистки.

6.8 Нагревательное устройство

Для кипячения водного раствора применяют нагревательное устройство с возможностью регулирования температуры нагрева, например нагревательную плитку или электрическую печь.

7 Подготовка серии стандартных растворов

Готовят серию стандартных растворов, для которых концентрация раствора испытуемого наноматериала находится в линейном диапазоне калибровочной кривой. Готовят холостой раствор и не менее трех стандартных калибровочных растворов.

8 Проведение испытания

8.1 Очистка испытательного магнита

Помещают испытательный магнит в чистую колбу, добавляют достаточное количество смеси кислот и воды так, чтобы магнит был полностью погружен в раствор. Помещают колбу на нагревательное устройство, доводят раствор до кипения и выдерживают в таком состоянии не менее 30 мин, следя за тем, чтобы раствор не испарился. Для предотвращения локального перегрева во время процесса нагрева колбу следует встряхивать круговыми движениями не менее трех раз. Затем колбу охлаждают до температуры окружающей среды и трижды промывают испытательный магнит водой. Испытательный магнит оставляют в колбе.

Примечание — Для удержания испытательного магнита внутри колбы в процессе выливания моющего раствора ко дну колбы с наружной стороны прикладывают другой магнит.

ВНИМАНИЕ — При встряхивании конической колбы следует применять защитные меры во избежание термических ожогов рук.

8.2 Подготовка проб

Пробу испытуемого наноматериала помещают в чистую емкость. Массу пробы определяют в зависимости от насыпной плотности испытуемого наноматериала (см. таблицу 2). Насыпную плотность испытуемого наноматериала определяют в соответствии с ИСО 18842:2015.

Таблица 2 — Соответствие отмеряемой массы пробы насыпной плотности испытуемого наноматериала

Насыпная плотность испытуемого наноматериала, г/см^3	Масса пробы, г
< 0,5	50 ± 1,00
0,5—1,0	100 ± 2,00
> 1,0	200 ± 5,00

8.3 Процесс извлечения металломагнитных примесей

В емкость с пробой добавляют достаточное количество этилового спирта (не менее половины объема емкости) и помещают в нее испытательный магнит. Емкость надежно закрывают крышкой, энергично встряхивают и помещают на устройство для вращения (см. приложение А). Устанавливают скорость вращения в диапазоне 60—80 об/мин и вращают не менее 30 мин. В процессе вращения емкость встряхивают не менее трех раз.

Примечание — Валидация процесса извлечения металломагнитных примесей приведена в приложении D.

8.4 Процесс извлечения немагнитных компонентов

Для извлечения из пробы немагнитных компонентов выполняют следующие действия. После завершения процесса вращения извлекают испытательный магнит из емкости с пробой (способ извлечения испытательного магнита приведен в приложении В) в колбу. При извлечении испытательного магнита следует избегать любого физического контакта с ним и не допустить повреждения колбы. Испытательный магнит промывают водой. В колбу добавляют этиловый спирт, количеством достаточным для того, чтобы полностью погрузить в него магнит. Колбу с испытательным магнитом помещают в оборудование ультразвуковой очистки. Выполняют ультразвуковую очистку в течение 1 мин не менее трех раз, затем трижды промывают испытательный магнит и колбу водой. После завершения данного процесса отходы и этиловый спирт утилизируют надлежащим образом (по возможности, перерабатывают).

Примечание — Для удержания испытательного магнита внутри колбы в процессе выливания моющего раствора ко дну колбы с наружной стороны прикладывают другой магнит.

8.5 Получение испытуемого раствора

После ультразвуковой очистки в колбу добавляют смесь кислот и воду количеством, достаточным для того, чтобы полностью погрузить испытательный магнит. Помещают колбу на нагревательное

устройство, доводят раствор до кипения и поддерживают его кипение не менее 30 мин (следя за тем, чтобы раствор не испарился). Для предотвращения локального перегрева во время процесса нагрева колбу следует встряхивать круговыми движениями не менее трех раз, при этом кислота должна полностью покрывать поверхность испытательного магнита. После того как все видимые частицы растворились, колбу охлаждают до температуры окружающей среды и переливают раствор в мерную колбу объемом более 100 мл. Колбу и испытательный магнит ополаскивают три-четыре раза небольшим количеством воды, сливая воду после каждого смыва в мерную колбу. Объем раствора в мерной колбе доводят до 100 мл.

8.6 Подготовка холостого раствора

Холостой раствор готовят в соответствии с 8.1, 8.3, 8.4 и 8.5 без пробы испытуемого наноматериала.

8.7 Выполнение измерений

Содержания металломагнитных примесей в анодном наноматериале определяют с применением оборудования для метода ИСП-ОЭС. Рекомендуемые рабочие параметры оборудования для метода ИСП-ОЭС приведены в таблице 3. Измерения выполняют на стандартных растворах и строят калибровочную кривую. Далее выполняют измерения на холостом и испытуемых растворах. Результатом являются значения, полученные после вычитания из результатов измерений испытуемого раствора результатов измерений холостого раствора.

Таблица 3 — Рекомендуемые рабочие параметры оборудования для метода ИСП-ОЭС

Рабочие параметры	Значения рабочих параметров
Расход плазмы	15 л/мин
Скорость вспомогательного потока аргона	0,2 л/мин
Скорость распыления	0,8 л/мин
Мощность высокочастотного генератора	1300 Вт
Скорость газа-носителя	1,5 мл/мин
Тип наблюдения плазмы	Аксиальный

Для обеспечения оптимальных условий измерения допускается указанные рабочие параметры корректировать в зависимости от используемого оборудования.

Примечание — Пример проведения испытания, включая подготовку серии стандартных растворов, приведен в приложении С.

9 Обработка результатов

Содержание конкретного химического элемента в электродном наноматериале X_i, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X_i = \frac{(c_i - c_0)v}{m}, \quad (1)$$

где c_i — концентрация химического элемента в испытуемом растворе, определенная по калибровочной кривой, мкг/мл;

c_0 — концентрация химического элемента в холостом растворе, определенная по калибровочной кривой, мкг/мл;

v — объем испытуемого раствора, мл;

m — масса пробы, г.

Общее содержание металломагнитных примесей в анодном наноматериале X, мг/кг, вычисляют по формуле

$$X = X_{Fe} + X_{Co} + X_{Ni} + X_{Cr}. \quad (2)$$

Химические элементы, количественное определение которых ниже предела обнаружения применяемого оборудования, не учитывают при определении общего содержания металломагнитных примесей.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать, как минимум, следующую информацию:

- номер протокола;
- дату испытания;
- Ф.И.О. лиц, проводивших испытание;
- температуру и влажность окружающей среды;
- описание испытуемого анодного наноматериала, включая наименование изготовителя, торговое наименование, марку и т. п.;
- описание испытательного оборудования, включая наименование изготовителя, наименование оборудования, модель и т. п.;
- результаты испытания.

Приложение А
(справочное)

Устройство для вращения емкости с пробой

Емкость с пробой помещают на устройство, оборудованное двумя валами с покрытием, препятствующим скольжению емкости. На рисунке А.1. приведено схематическое изображение устройства для вращения емкости с пробой.

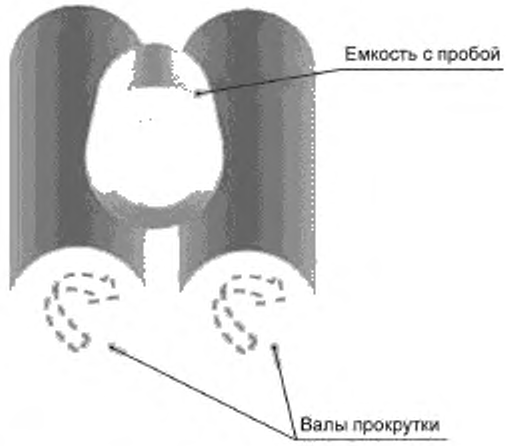


Рисунок А.1 — Схематическое изображение устройства для вращения емкости с пробой

Приложение В
(справочное)

Способ извлечения испытательного магнита из емкости с пробой

После завершения процесса вращения емкость с испытуемой пробой ставят на поверхность стола и извлекают из нее испытательный магнит способом, описанным ниже.

a) Захватывают испытательный магнит, используя другой магнит, который прикладывают к наружной стороне емкости.

b) Удерживая емкость с пробой, откручивают крышку емкости и кладут ее на стол.

c) Берут чистую колбу, переворачивают ее вверх дном и вставляют горловиной внутрь емкости, см. рисунок В.1 (5). Колбу и емкость удерживают одной рукой.

d) Второй рукой устанавливают и удерживают магнит на внешней стороне емкости с пробой. Медленно перемещают испытательный магнит вверх, используя магнит снаружи емкости, до тех пор, пока испытательный магнит не окажется внутри колбы.

e) Переворачивают колбу дном вниз и убирают магнит, приложенный к внешней стороне. Испытательный магнит теперь перемещен из емкости с пробой в колбу.

Процесс извлечения испытательного магнита из емкости с пробой приведен на рисунке В.1.

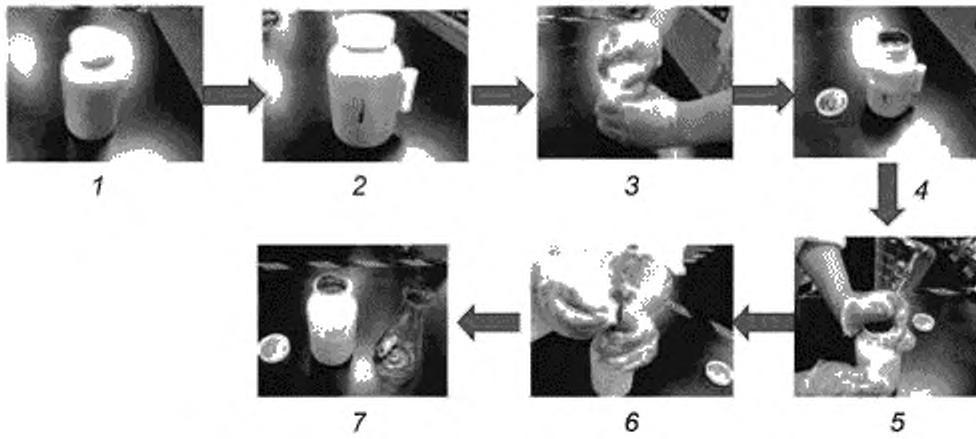


Рисунок В.1 — Процесс извлечения испытательного магнита из емкости с пробой

Приложение С
(справочное)

Пример проведения испытания

С.1 Приготовление стандартных растворов

Готовят серию стандартных растворов путем разбавления исходных стандартных растворов, как указано в разделе 7.

a) Исходные стандартные растворы железа, кобальта, хрома и никеля объемом по 5,0 мл каждый помещают в одну мерную колбу объемом более 100 мл. Затем в мерную колбу добавляют азотную кислоту объемом 2,0 мл.

b) Полученный раствор разбавляют водой до отметки 100 мл. Для испытания применяют исходные стандартные растворы железа, кобальта, хрома, никеля концентрацией 50,00 мкг/мл каждый.

c) Берут пять мерных колб объемом более 100 мл. Помещают в четыре мерные колбы исходные стандартные растворы объемом по 0,20; 0,50; 1,00 и 2,00 мл каждого. В одну мерную колбу исходные стандартные растворы не добавляют. Далее в каждую мерную колбу, включая колбу с холостым раствором, добавляют азотную кислоту объемом по 2,0 мл.

d) Растворы в пяти мерных колбах разбавляют водой до отметки 100 мл. Таким образом получают серию стандартных растворов железа, кобальта, хрома, никеля с концентрацией 0,00 мкг/мл (холостой раствор), 0,10; 0,25; 0,50; 1,00 мкг/мл.

С.2 Очистка испытательных магнитов

a) Три испытательных магнита помещают в три чистые колбы, пронумерованные 0, 1 и 2, затем в каждую колбу добавляют смесь кислот объемом 8 мл и воду количеством, достаточным для того, чтобы полностью погрузить магниты, см. рисунок С.1 (*1*).

b) Колбы помещают на нагревательное устройство [см. рисунок С.1 (*2*)] и доводят раствор до кипения. Кипятят в течение 30 мин. Для предотвращения локального перегрева во время процесса нагрева колбы встряхивают круговыми движениями не менее трех раз.

c) После нагрева колбы охлаждают до температуры окружающей среды, затем магниты трижды промывают водой, см. рисунок С.1 (*3*). Испытательные магниты оставляют в колбах.

Процесс очистки испытательных магнитов приведен на рисунке С.1.



1 *2* *3*

Рисунок С.1 — Процесс очистки испытательных магнитов

С.3 Подготовка проб

Берут три чистые емкости для проб и нумеруют их 0, 1 и 2. Емкость для пробы 0 предназначена для холостого испытания, емкости для проб 1 и 2 — для проверки воспроизводимости результатов испытания. Массы проб определяют в соответствии с таблицей 2. Для испытания, приведенного в настоящем приложении, использованы материалы насыпной плотности от 0,5 до 1,0 г/см^3. Массы проб составили 0; 100,0962; 100,8618 г в емкостях для проб 0, 1 и 2 соответственно, см. рисунок С.2. Емкости для проб и процесс взвешивания проб представлены на рисунке С.2.

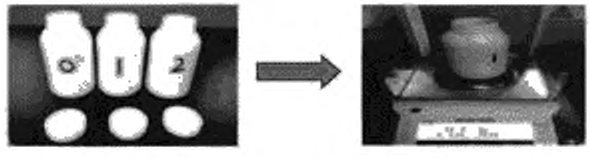


Рисунок С.2 — Емкости для проб и процесс взвешивания проб

С.4 Процесс извлечения металломагнитных примесей

a) Три испытательных магнита, очищенных в соответствии с С.2, помещают в емкости для проб, подготовленные в соответствии с С.3, с взаимно-однозначным соответствием номеров, см. рисунок С.3 (*1*).

b) В каждую емкость с пробой добавляют этиловый спирт объемом 300 мл, см. рисунок С.3 (*2*).

c) Крышки емкостей закрывают, затем емкости помещают на устройство для вращения, см. рисунок С.3 (*3*). Скорость вращения — 70 об/мин, время вращения — 30 мин. Во время процесса вращения емкости энергично встряхивают не менее трех раз.

Процесс извлечения металломагнитных примесей представлен на рисунке С.3.

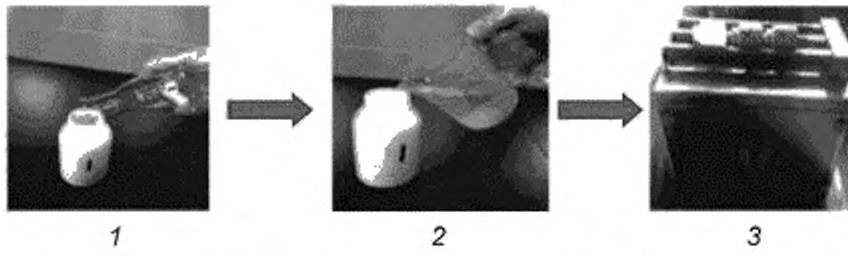


Рисунок С.3 — Процесс извлечения металломагнитных примесей

С.5 Процесс извлечения немагнитных компонентов

a) Испытательные магниты из емкостей с пробами 0, 1 и 2 извлекают в колбы, обозначенные соответствующими номерами, см. рисунок С.4 (*1*). Для извлечения испытательных магнитов применяют способ, приведенный в приложении В.

b) Стенки колб очищают от порошка водой, см. рисунок С.4 (*2*).

c) В колбы добавляют этиловый спирт количеством, достаточным для полного погружения испытательных магнитов. Колбы с испытательными магнитами помещают в устройство ультразвуковой очистки. Выполняют ультразвуковую очистку в течение 1 мин, см. рисунок С.4 (*3*). Процесс ультразвуковой очистки повторяют три раза.

d) Колбы и испытательные магниты трижды промывают водой, см. рисунок С.4 (*4*).

Процесс извлечения немагнитных компонентов приведен на рисунке С.4.

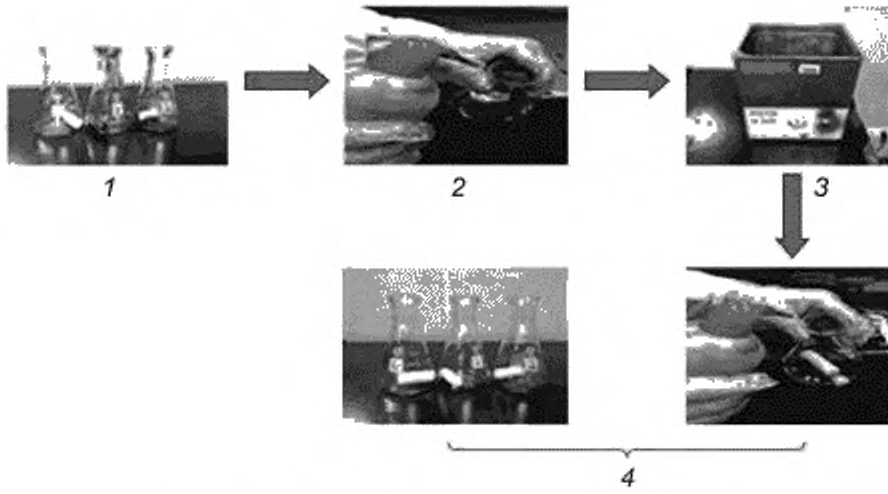


Рисунок С.4 — Процесс извлечения немагнитных компонентов

С.6 Получение испытуемых растворов

a) В каждую колбу добавляют смесь кислот объемом 8 мл и воду количеством, достаточным для полного погружения магнитов, см. рисунок С.5 (*1*).

b) Колбы нагревают на нагревательном устройстве [см. рисунок С.5 (*2*)] и доводят растворы до кипения. Кипятят в течение 30 мин. Для предотвращения локального перегрева во время процесса нагрева колбы встряхивают круговыми движениями не менее трех раз.

c) После нагрева колбы охлаждают до температуры окружающей среды, затем растворы переливают в три мерные колбы с соответствующим номером. Далее растворы разбавляют водой до 100 мл, см. рисунок С.5 (*4*). Процесс получения испытуемых растворов приведен на рисунке С.5

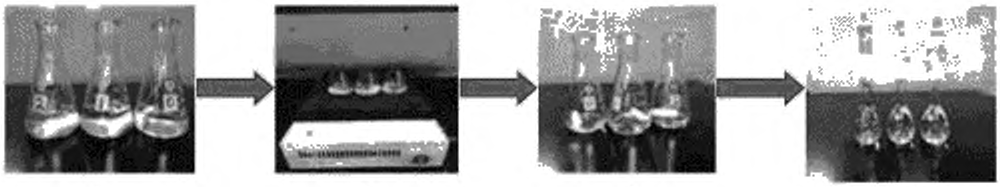


Рисунок С.5 — Процесс получения испытуемых растворов

С.7 Результаты испытания

В таблице С.1 приведены результаты испытания по определению содержания металломагнитных примесей в анодном наноматериале. Значения получены после вычитания из результатов измерений испытуемого раствора результатов измерений холостого раствора (см. 8.7).

Таблица С.1 — Результаты испытания по определению содержания металломагнитных примесей в анодном наноматериале

Испытуемый раствор	Fe, мг/кг	Ni, мг/кг	Co, мг/кг	Cr, мг/кг	Общее содержание металломагнитных примесей, мг/кг	Относительное отклонение , %
1	0,457	0,018	0,003	0,004	0,482	8,9
2	0,490	0,022	0,007	0,008	0,527	

С.8 Неопределенности

При обработке результатов испытаний следует учитывать следующие возможные неопределенности:

- неопределенность, связанную с однородностью испытуемого наноматериала и процессом подготовки проб, которые возможно выявить при определении общей воспроизводимости u(rep) результатов испытания;
- неопределенность $u(m)$, связанную с процессом взвешивания пробы, включая воспроизводимость результатов при взвешивании и калибровку весов;
- неопределенность $u(V)$, связанную с процессом доведения растворов до требуемого объема, включая калибровку мерной колбы и изменения температуры;
- неопределенность u(прибор), связанную калибровкой прибора ИСП-ОЭС;
- неопределенность u(стандартный раствор), связанную с подготовкой стандартных растворов, включая неопределенность самого стандартного раствора и процесса разбавления раствора;
- неопределенность u(кривая), связанную с расчетом стандартной кривой.

Приложение D
(справочное)

Валидация процесса извлечения металломагнитных примесей

D.1 Испытуемые материалы

Титанат лития, наноструктурированный кремний.

D.2 Проведение испытания

a) Определяют содержание металломагнитных примесей в пробах титаната лития и наноструктурированного кремния в соответствии с 8.1—8.7. Результаты испытания регистрируют в протоколе как «содержание металломагнитных примесей, 1-й этап». Емкости продолжают использовать на следующем этапе.

b) В каждую емкость помещают чистые магниты и повторяют испытание. Результаты испытания регистрируют в протоколе как «содержание металломагнитных примесей, 2-й этап».

D.3 Результаты испытания

Результаты испытания по определению содержания металломагнитных примесей, полученные в соответствии с D.2, приведены в таблице D.1.

Таблица D.1 — Результаты испытания по определению содержания металломагнитных примесей

Испытуемый материал	Содержание металломагнитных примесей, мг/кг		Доля металломагнитных примесей, извлеченных на 1-м этапе, %
	1-й этап	2-й этап	
Титанат лития	6,94	0,676	91,1
Наноструктурированный кремний	0,263	0,023	92,0

Как видно из таблицы D.1, более 90 % металломагнитных примесей, как правило, извлекают на 1-м этапе.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального, межгосударственного стандарта
ISO 3696:1987	MOD	ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия»
ISO 6353-1:1982	IDT	ГОСТ 28351—89 (ИСО 6353-1—82) «Продукты химические органические. Методы определения кислотности и щелочности»
ISO 18842:2015	—	*

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичный стандарт;
- MOD — модифицированный стандарт.

Библиография

[1] Hendricks, C. et al. A failure modes, mechanisms, and effects analysis (FMMEA) of lithium-ion batteries. Journal of Power Sources, 297 (2015), 113-120 [Хендрикс С. и др. Режимы сбоев, механизмы и анализ эффектов (FMMEA) литий-ионных аккумуляторов]

[2] Tanaka, S. et al. Development of Metallic Contaminant Detection System Using Eight- Channel High Tc SQUIDs. IEEE Transactions on Applied Superconductivity, 23.3 (2013), 1600404-1600404 (Танака, С и др. Разработка системы обнаружения металлических загрязнений с использованием восьмиканальных СКВИДов с высоким Tc)

[3] Zhang, Z.J., Ramadass, P. and Fang, W. Safety of lithium-ion batteries. Lithium-Ion Batteries: Advances and applications (2014), Chapter 18, 409-435 (Чжан З. Дж., Рамадас П. и Фанг В. Безопасность литий-ионных аккумуляторов. Литий-ионные аккумуляторы: достижения и приложения)

УДК 621.355.9; 544.5:006.354 ОКС 07.120

Ключевые слова: производство нанотехнологическое, наноматериалы анодные, содержание металломагнитных примесей, устройства накопления электрической энергии, метод оптико-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой

Редактор *Е.В. Зубарева*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Ю. Митрофанова*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 28.04.2021. Подписано в печать 19.05.2021. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,90.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru